УДК 621.762

### С.Г. БАРАЙ, Д.Р. ВИОЛЕНТИЙ, К.Н. ЛАПКО

# ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА СОЗДАНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Представлена концепция создания нанокристаллических ферромагнетиков методами порошковой металлургии. Рассмотрено применение магнитно-мягких аморфных сплавов и низкотемпературных технологических связок для получения полусухим прессованием с последующей термообработкой магнитопроводов с достаточной механической прочностью и требуемым комплексом электромагнитных свойств.

**Ключевые слова:** порошковая металлургия, ферромагнетики, механосинтез, электромагнитные свойства

**Введение**. Проблема снижения энергетических потерь всегда актуальна для изготовителей электрооборудования. Последние десятилетия эту проблему решают с помощью применения магнитно-мягких аморфных металлических сплавов для изготовления элементов электрооборудования, которые, благодаря своим структурным особенностям, имеют огромные перспективы разнообразного технологического применения и целый ряд преимуществ [1-5]:

- низкие удельные потери;
- высокое электрическое сопротивление;
- отличные электромагнитные характеристики в широком диапазоне частот (до 1 Мгц);
- возможность дальнейшей миниатюризации и повышения эффективности электронных устройств;
  - снижение искрового тока и подавление шумов;
  - экономия электроэнергии.

Аморфные нанокристаллические сплавы по сравнению с традиционными кристаллическими материалами являются сравнительно новым классом магнитных материалов и представляют собой сплавы 75-85 % одного или нескольких переходных металлов (Fe, Co, Ni) и 15-20 % металлоида (B, C, Si, P и др.), часто отвечая формуле  $Me_{80}X_{20}$ , где Me - один или несколько переходных металлов, а X - один или несколько неметаллов или других аморфообразующих элементов  $Fe_{80}P_{13}C$ ,  $Fe_{81}Si_{3,5}B_{13,5}C_{2}$ ,  $Fe_{61}Si_{3,5}B_{13,5}C_{2}$ ,  $Fe_{61}Si_{5,5}B_{13,5}C_{2}$ 

Изготовление массивных деталей, таких как магнитопроводы, из аморфных сплавов довольно непростая задача. Существует несколько основных способов, один из которых - формирование изделия из аморфной ленты намоткой под натягом. Этот процесс достаточно сложный и дорогостоящий, он требует сложного специализированного оборудования.

Если рассмотреть вариант изготовления массивных деталей методом прессования из порошков аморфных металлических сплавов, полученных из лент механическим измельчением, то ввиду высокого предела текучести прессуемость таких порошков довольно низкая. Пористость деталей составляет примерно 20-40 %, что существенно

снижает целевые свойства изделий. Вариант горячего прессования не может быть в полной мере использован из-за потери сплавами аморфности при высоких температурах.

Ранее проводились работы по получению изделий ударноволновым компактированием из аморфных лент и порошков [7-9]. Как известно, во фронте ударной волны твердое вещество ведет себя подобно жидкости, поэтому с помощью метода динамического компактирования представляется возможным добиться существенно большей плотности упаковки частиц порошков аморфных сплавов. Но и этот способ не получил особого развития.

Наименее изученным и практически не опробованным является способ формования магнитопроводов из аморфных порошков путем введения в состав шихты клеевых композиций, твердеющих при температурах ниже температуры кристаллизации материала. Наиболее перспективными для этих целей являются неорганические клеевые композиции, так как они значительно превосходят органические составы по механическим свойствам и технологическим температурам. Из неорганических клеевых композиций фосфатные составы выгодно отличаются от других неорганических составов как по электромагнитным характеристикам, так и по термостойкости, режимам отвердения.

**Результаты и их обсуждение.** В приведенной работе представлены результаты исследований по разработке концепции получения нанокристаллических ферромагнетиков методами порошковой металлургии. В качестве исходного был выбран аморфный сплав состава  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ , известный под названием FINEMET. Выбор обусловлен экономическими соображениями, с одной стороны, и свойствами материала – с другой. В состав материала входят дешевые порошки, из которых 73,5 % железо, но несмотря на это данный сплав обладает достаточно уникальными свойствами [10]:

- начальная магнитная проницаемость 40000-50000;
- максимальная магнитная проницаемость до 600000;
- магнитная индукция насыщения 1,2-1,3 Тл;
- коэрцитивная сила меньше 2,5 А/м;
- удельное электрическое сопротивление 1,6 мкОм м.

Нанокристаллические сплавы семейства FINEMET получают в основном методом быстрой закалки из расплава со скоростями  $\sim 10^6$   $^{\circ}$ C. Нами исследовался порошковый сплав, полученный методом механосинтеза и механоактивации в лаборатории новых материалов и технологий ИПМ НАНБ. Процесс механоактивации сводится к фундаментальному структурному и морфологическому преобразованию исходной порошковой смеси путем механического воздействия, которое иногда сопровождается и фазовым преобразованием. Технология получения порошка аморфного сплава изображена на рис.1, а принципиальная схема процесса механосинтеза — на рис.2.

Необходимо отметить, что процесс механосинтеза и механоактивации проводят в аттриторе в жидкой среде с использованием металлических шаров. Сушка порошка осуществлялась в сушильном шкафу СНОЛ в течение 8 ч при температуре  $110\ ^{\circ}$ С, в результате было достигнуто содержание влаги не более  $3\ \%$ .



Рис.1. Типовая схема технологического процесса получения порошков методом механосинтеза и механоактивации



Рис.2. Принципиальная схема процесса механосинтеза

На рис.3 приведены результаты определения гранулометрического состава порошка после обработки в аттриторе. Из гистограммы видно, что максимум частиц (31 %) находится в интервале 0.05-0.063 мм, количество частиц порошка с размером менее 0.05 мм составило 21 %.

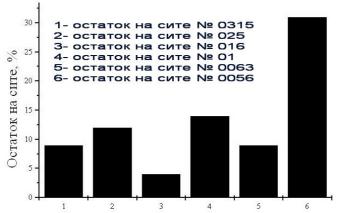


Рис.3. Гистограмма распределения частиц порошка  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  по размерам после обработки в аттриторе

Полученный порошок был подвергнут рентгенофазовому анализу (рис.4), который показал наличие аморфной фазы в виде матрицы, в которой находятся и кристаллы твердого раствора железа размером  $\approx 6$  нм.

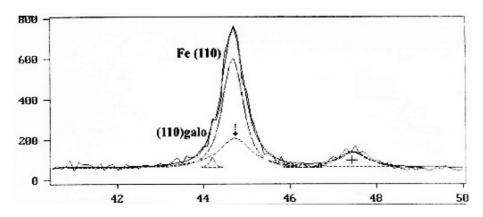


Рис.4. Рентгенограмма порошка  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ , полученного методом механосинтеза

В дальнейшем проводились испытания на взаимодействие порошка и связующих на основе фосфатных и силикатных клеевых композиций. И в первом, и во втором случаях порошок проявил химическую активность к компонентам технологической связки. При введении связующего в порошок наблюдалось химическое взаимодействие, вызывающее вспучивание материала, что явилось несомненным препятствием для придания окончательной формы изделиям. Это вызвало необходимость подбора других клеевых композиций, являющихся инертными по отношению к исходным порошкам. Исходя из этого, в качестве связки выбрали клей на основе эпоксидной смолы. Методом полусухого прессования были изготовлены образцы в виде таблеток диаметром 16 мм и колец с размерами  $24 \times 12 \times 6$  мм, которые в дальнейшем подвергались обжигу при температурах  $50-100~{}^{\circ}\text{C}$ . Термообработанные образцы имели прочность достаточную для изготовления на их основе магнитопроводов и измерения их электромагнитных свойств.

Исследование поведения порошка при нагреве методом комплексного термического анализа (рис.5) показало, что интенсивные процессы окисления начинаются при температуре свыше  $100\,^{\circ}\mathrm{C}$  и сопровождаются значительным увеличением массы образцов за счет образования оксидов железа. Следовательно, температура термообработки готового изделия не должна превышать  $100\,^{\circ}\mathrm{C}$ .

Предварительные электромагнитные испытания экспериментальных образцов в виде колец показали правильность выбранного направления работ.

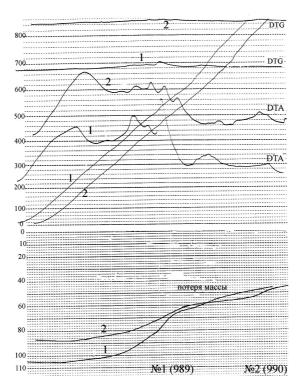


Рис.5. Кривая ДТА порошка  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ , полученного методом механосинтеза

Разработаны методические подходы и исследованы особенности процессов получения порошковых аморфных нанокристаллических ферромагнетиков, определен комплекс характеристик для исследуемых материалов, заготовок, спеченных изделий и магнитопроводов на их основе. Разработана концепция получения нанокристаллического ферромагнетика с аморфной матрицей с учетом прогнозирования его эксплуатационных свойств методами порошковой металлургии, развиваемыми в Республике Беларусь.

**Выводы.** Выработана концепция и разработана принципиальная технологическая схема получения нанокристаллических ферромагнетиков методами порошковой металлургии с целью создания современных магнитопроводов на основе аморфных нанокристаллических сплавов с управляемым комплексом электромагнитных характеристик.

Основой концепции является получение порошкового аморфного сплава со строго заданным химическим составом методом механосинтеза и механоактивации и последующим полусухим прессованием шихты с технологической связкой на основе эпоксидной смолы, которая в результате термообработки при температурах ниже начала интенсивного окисления железа и образования кристаллической фазы позволяет получать достаточно прочный ферромагнетик с требуемым комплексом электромагнитных свойств.

Работа выполнена в рамках ГКПНИ «Наноматериалы и нанотехнологии», задание 3.12.

### Библиографический список

- 1. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // Acta Mater.  $-2000.-v.48.-N_{\odot}1.-P.1-29.$
- 2. Synthesis, Functional Properties and Applications of Nanostructures / I.A. Ovid'ko, T. Tsakalakos, A.K. Vasudevan. Eds. Dordrecht: Kluwer. 2003. 242 p.
- 3. Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications / A.S. Edelstain, R.C. Cammarata. Eds. Bristol and Philadelphia: Inst. Physics Publ. -1996.-206~p.
- 4. Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology / Ed. H.S.Nalwa. San Diego: Academic Press. 1999. V.1-5.
- 5. Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направления исследований / Под ред. М.К.Роко, Р.С.Уильямса, П.Аливисатоса. М.: Мир, 2002. 292 с.
- 6. Физическая энциклопедия. / Под ред. А.М.Прохорова. М.: Советская энциклопедия, 1990. Т.1. 704 с.
- 7. Нестеренко В.Ф. Возможности ударно–волновых методов получения и компактирования быстрозакаленных материалов / В.Ф.Нестеренко // ФГВ. 1985.  $\mathbb{N}^{\circ}$  6. C.85-89.
- 8. Структура и свойства аморфного порошкового материала после взрывного нагружения / О.В.Роман, А.П.Богданов, Ю.Н.Волошин и др.// Металловедение и термическая обработка металлов. − 1983.–№ 10. − С.57-63.
- 9. Preparation of bulk amorphous alloys by explosive consolidation and properties of the amorphous bulk M. Takagi, Y. Kawamura, M. Araki et al. // Mater. Sci. and Eng. 1988. Nº 98. P.457-460.
- 10. *Гуртовцев А.* Измерительные трансформаторы тока на 0,4 кВ. Испытания, выбор, применение / А.Гуртовцев, В.Бордаев, В.Чижонок // Новости электротехники. 2004.  $\mathbb{N}^{\circ}$  2 (26). С. 1-8.

Материал поступил в редакцию 04.03.08.

#### S.G. BARAJ, D.R. VIOLENTIJ, K.N. LAPKO

# DEVELOPMENT OF THE CONCEPT OF CREATION OF NANOCRYSTALLINE FERROMAGNETIC BY A METHOD OF POWDER METALLURGY

In article the concept of creation of nanocrystalline ferromagnetic by methods of the powder metallurgy, based on use of mecahnosynthesis for reception of a powder of an amorphous alloy  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  and low-temperature technological binders for reception by dry pressing with the subsequent heat treatment magnetic cores with sufficient mechanical durability and a demanded complex of electromagnetic properties is presented.

**БАРАЙ Сергей Георгиевич,** заведующий научно-исследовательским отделом керамических материалов Института порошковой металлургии НАН Беларуси, кандидат технических наук.

Область научных интересов: разработка конструкционных, инструментальных, электротехнических, теплоизоляционных видов керамики. Автор более чем 100 научных публикаций.